

ПРИМЕНЕНИЕ РЕГРЕССИОННОГО АНАЛИЗА ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ВЛИЯНИЯ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ НА ПОКАЗАТЕЛИ КАЧЕСТВА НАПОЛНЕННЫХ ПОЛИМЕРОВ

© 2020 Н.Ю. Ефремов

Балтийский государственный технический университет «ВОЕНМЕХ»
им. Д.Ф. Устинова, г. Санкт-Петербург

Статья поступила в редакцию 16.07.2020

В статье рассматривается применение метода множественной регрессии для исследования влияния четырех технологических параметров (температура прокаливания порошка наполнителя, время размолта в мельнице при механо-химической обработке, время смешивания и выдержки компонентов, процент вводимой присадки) на уровни значений двух основных показателей качества (предела прочности при растяжении, твердости по Шору А) новых составов наполненных полимеров (НП) на основе силиконового каучука типа СКТН А с порошковыми гидроксидом алюминия и кварцем марки Б. В технологический цикл получения НП входит механо-химическая обработка наполнителя с применением гидрофобизирующего вещества (силана). Регрессионная модель для двух характеристик НП построена в MS Excel на основе 25 различных сочетаний значений четырех влияющих технологических факторов. Получены адекватные линейные модели, с высокой точностью описывающие зависимость свойств НП от технологических факторов. На уровень предела прочности при растяжении значимо влияют на отклик только два фактора, на твердость – все рассмотренные факторы.

Ключевые слова: наполненные полимеры, порошковые наполнители показатели качества, регрессионный анализ, механохимическая обработка.

DOI: 10.37313/1990-5378-2020-22-4-81-85

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время для продолжения устойчивого развития наукоемких производств требуется внедрение новых материалов, в том числе относящихся к классу функциональных. Эти материалы должны превосходить существующие по служебным характеристикам, либо обладать набором свойств, не типичных для традиционных материалов. К подобным относятся такие материалы, как полимерные композиционные материалы и НП [1].

На этапе начальных исследований образцов новых материалов принципиально важной задачей является получение информации о том, как влияют различные факторы (конструктивные, технологические и т.п.) на уровни значений его основных свойств – показателей качества материалов. К их числу относятся две базовых физико-механических характеристики – предел прочности при растяжении и твердость по Шору [2, 3].

Достаточно часто в рамках решения такой задачи используются методы, позволяющие получить какую-либо математическую модель зависимости свойств от влияющих факторов. Подобный результат может быть достигнут при применении методов планируемого фак-

торного эксперимента или регрессионного анализа (множественной регрессии). Первая группа методов имеет несомненные преимущества и ряд объективных недостатков, в числе которых – необходимость реализации в эксперименте точных значений влияющих факторов, что часто затрудняет подготовку образцов материалов. Второй же метод позволяет использовать произвольный набор значений влияющих факторов и лишен указанного недостатка. Поэтому именно множественная регрессия выбрана основным методом для исследования.

Целью исследования является проверка применимости метода регрессионного анализа для исследования зависимости показателей качества НП от технологических параметров. Для ее достижения необходимо сформировать план экспериментального исследования, провести эксперимент и построить регрессионные модели двух показателей качества, а также проверить прогностические свойства полученных моделей в рамках дополнительного эксперимента.

Объектом исследования являются НП на основе силиконового каучука СКТН марки А с порошковыми наполнителями в виде гидроксида алюминия и кварца марки Б. В исследовании рассматриваются наполнители, подвергаемые механохимической обработке [4], в результате которой частицы порошка покрываются тонким слоем гидрофобного вещества – аminosилана.

Ефремов Николай Юрьевич, кандидат технических наук, доцент кафедры «Инжиниринг и менеджмент качества». E-mail: efremov_niu@voenteh.ru

МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ И ПЛАН ЭКСПЕРИМЕНТА

В качестве влияющих факторов выбраны следующие параметры, являющиеся основными в технологическом цикле механохимической обработки наполнителей и изготовления НП в целом:

- X1 - температура прокаливания порошка наполнителя, °С;
- X2 - время размол в мельнице при МХО, мин.;
- X3 - время смешивания и выдержки компонентов, мин.;
- X4 - процент вводимой присадки (ПМС-50), масс. %.

Средой для реализации регрессионного анализа выбран стандартный офисный пакет MS Excel. Все дальнейшие результаты имеют отношение к образцам НП, имеющим следующий количественный состав (масс. %):

- полимер СКТН А - 40%;
- кварц Б - 30%;
- гидроксид алюминия - 30%.

В таблице 1 представлены 25 сочетаний уровней влияющих технологических факторов, при которых были изготовлены образцы для оценки предела прочности при растяжении (Y1) и твердости по Шору (Y2), в соответствии с требованиями [5, 6], а также оценки средних значений двух основных показателей качества НП.

Таблица 1. Значения технологических факторов и откликов

№ сочетания параметров изготовления образцов	Влияющие технологические факторы				Характеристики НП	
	X1, °С	X2, мин	X3, мин	X4, масс. %	Средний предел прочности при растяжении Y1, МПа	Средняя твердость по Шору Y2, усл. ед.
1	120	5	5	0	1,92	67,8
2	105	15	15	10	1,51	54,4
3	115	5	15	0	1,91	74,9
4	105	10	10	10	1,47	61
5	110	10	10	5	1,65	64
6	125	15	15	10	1,63	51
7	115	5	5	0	1,86	68,6
8	110	5	15	0	1,76	75,7
9	125	10	10	10	1,65	62,7
10	120	10	10	5	1,62	59,2
11	105	5	15	0	1,8	76,6
12	120	10	10	10	1,62	63,6
13	125	5	5	0	1,97	69
14	115	10	10	5	1,7	60
15	125	10	10	5	1,76	58,4
16	105	10	10	5	1,48	61,1
17	115	15	15	10	1,49	53,2
18	120	5	15	0	1,94	74
19	110	10	10	10	1,53	65,5
20	125	5	15	0	1,88	77,1
21	110	15	15	10	1,56	57,2
22	110	5	5	0	1,81	69,5
23	120	15	15	10	1,61	52,4
24	105	5	5	0	1,74	70,3
25	115	10	10	10	1,56	64,4

ПОСТРОЕНИЕ РЕГРЕССИОННЫХ МОДЕЛЕЙ

Для построения регрессионной модели в MS Excel необходимо ввести на отдельном листе все значения 4-х влияющих факторов и двух откликов, после чего запускается инструмент «Регрессия», входящий в набор инструментов «Анализ данных» [7]. Для корректного расчета модели необходимо провести настройку алгоритма расчета и отображаемых результатов в соответствующем меню программы.

Основные результаты анализа экспериментальных данных приводятся в нескольких подтаблицах, выходные результаты применения рассматриваемого инструмента для отклика $Y1$ приведены на рис. 1.

Сведения, приведенные в разделе «Регрессионная статистика», позволяют сделать вывод о качестве полученной линейной модели. Среди трех коэффициентов основным является коэффициент детерминации (R-квадрат), при его значении свыше 0,85 модель считается высококачественной, т.е. с высокой точностью описывает рассматриваемую зависимость отклика от влияющих факторов. Основными данными, приведенными в разделе «Дисперсионный анализ», являются результаты оценки критерия статистической значимости рассчитанной регрессионной модели – F-критерия. Рассчитанное уравнение статистически значимо при уровне параметра «Значимость F» меньше 0,05.

В следующей подтаблице обобщены сведения о значимости найденных линейных коэффициентов модели. Только те коэффициенты являются статистически значимыми, для которых число в столбце «Р-значение» также меньше 0,05. В случае, если при первом применении регрессионного анализа получены незначимые коэффициенты,

нужно последовательно исключить соответствующие факторы из рассмотрения (сначала с самым большим значением в столбце «Р-значение», потом следующий) и повторять расчет модели до тех пор, пока не будет получена модель со всеми значимыми коэффициентами. Остальные данные, приводимые на листе с результатами регрессионного анализа, можно считать второстепенными. В сводной таблице 2 обобщены основные результаты регрессионного анализа статистических данных по образцам НП. Итоговые регрессионные модели представлены в выражениях (1) и (2).

$$Y1 = 0,842 + 0,009X1 - 0,029X4 ; \quad (1)$$

$$Y2 = 90,5 - 0,1X1 - 2,7X2 + 0,69X3 + 0,47X4 . \quad (2)$$

Следует отметить, что обе модели значимы и имеют высокий уровень коэффициента детерминации, что свидетельствует об их высоком качестве. Второе уравнение содержит все 4 фактора, в состав первого уравнения входят только два – $X1$ и $X4$. Не вошедшие в первую модель факторы являются временными.

ОЦЕНКА ПРОГНОСТИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОЛУЧЕННЫХ МОДЕЛЕЙ

Для проверки получившихся моделей был проведен дополнительный эксперимент. В нем получены оценки двух рассматриваемых характеристик НП по образцам, полученным при технологических режимах, отличающихся от вариантов табл. 1:

- 1) $X1 - 105\text{ }^\circ\text{C}$, $X2 - 15\text{ мин.}$, $X3 - 5\text{ мин.}$, $X4 - 0\text{ \%}$;
- 2) $X1 - 115\text{ }^\circ\text{C}$, $X2 - 10\text{ мин.}$, $X3 - 15\text{ мин.}$, $X4 - 5\text{ \%}$;
- 3) $X1 - 125\text{ }^\circ\text{C}$, $X2 - 5\text{ мин.}$, $X3 - 5\text{ мин.}$, $X4 - 10\text{ \%}$.

Результаты экспериментальных оценок и расчетов по уравнениям регрессий (табл. 2) значений двух характеристик НП приведены в табл. 3.

	A	B	C	D	E	F	G
1	ВЫВОД ИТОГОВ						
2							
3	<i>Регрессионная статистика</i>						
4	Множественный R	0,95220616					
5	R-квадрат	0,906696571					
6	Нормированный R-квадрат	0,888035886					
7	Стандартная ошибка	0,05255727					
8	Наблюдения	25					
9							
10	<i>Дисперсионный анализ</i>						
11		<i>df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	<i>Значимость F</i>	
12	Регрессия	4	0,536858667	0,134214667	48,58859874	5,03355E-10	
13	Остаток	20	0,055245333	0,002762267			
14	Итого	24	0,592104				
15							
16		<i>Коэффициенты</i>	<i>Стандартная ошибка</i>	<i>t-статистика</i>	<i>P-Значение</i>	<i>Нижние 95%</i>	<i>Верхние 95%</i>
17	Y-пересечение	0,8632	0,175733154	4,911992879	8,4165E-05	0,496627065	1,229772935
18	X1	0,00872	0,001486544	5,865954501	9,73194E-06	0,005619123	0,011820877
19	X2	-0,0078	0,00685263	-1,138249166	0,268468398	-0,022094335	0,006494335
20	X3	0,002066667	0,003182501	0,6493845	0,523478399	-0,004571914	0,008705247
21	X4	-0,024266667	0,005428092	-4,470570639	0,000234301	-0,035589467	-0,012943866

Рис. 1. Результаты регрессионного анализа в MS Excel для предела прочности при растяжении

Таблица 2. Результирующие статистические параметры регрессии

Параметр	Y1		Y2	
	значение	вывод	значение	вывод
R ²	0,907	высокое качество модели	0,96	высокое качество модели
Значимость модели	5,03•10 ⁻¹⁰	модель значима	3,29•10 ⁻¹⁴	модель значима
P-значение для X0	8,4•10 ⁻⁵	коэффициент значим	2,86•10 ⁻¹³	коэффициент значим
P-значение для X1	5,42•10 ⁻⁶	коэффициент значим	0,038	коэффициент значим
P-значение для X2	0,27	коэффициент не значим, исключен на второй итерации	3,84•10 ⁻¹¹	коэффициент значим
P-значение для X3	0,52	коэффициент не значим, исключен на первой итерации	7,44•10 ⁻⁷	коэффициент значим
P-значение для X4	1,2•10 ⁻¹¹	коэффициент значим	9,9•10 ⁻³	коэффициент значим

Таблица 3. Результаты проверочного эксперимента

№ варианта	Предел прочности при растяжении, Мпа			Твердость по Шору, усл. ед.		
	эксперимент	расчет	разность, %	эксперимент	расчет	разность, %
1	1,69	1,758	4	49,5	42,95	13,2
2	1,78	1,848	3,8	61,7	64,7	4,9
3	1,82	1,938	6,5	66,8	72,65	8,8

Сходимость расчетных и экспериментальных оценок значений предела прочности НП (Y1) рассматриваемого типа выше, чем для второго показателя Y2, несмотря на то, что модель предела прочности включает только 2 фактора. Однако, если не брать во внимание образец первого состава, то отклонение не превышает 10%, что свидетельствует о высоком уровне прогностической способности двух полученных моделей.

ВЫВОДЫ

Таким образом, по итогам проведенного исследования можно отметить следующее:

- метод регрессионного анализа применим для моделирования зависимости показателей качества НП от технологических параметров;
- получены две линейные регрессионные модели, с достаточно высокой точностью описывающие зависимость физико-механических свойств НП от четырех основных технологических параметров;
- установлено, что временные факторы не оказывают существенного влияния на предел прочности НП при растяжении.

Достиженные результаты могут быть исполь-

зованы для подбора составов перспективных НП с требуемыми уровнями основных показателей качества.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Полимерные композиционные материалы: структура, свойства, технология: учеб. пособие / М.Л. Кербер, В.М. Виноградов, Г.С. Головкин, Ю.А. Горбаткина и др.: под ред. А.А. Берлина - СПб.: Профессия, 2008. - 560 с.
2. Ефремов, Н.Ю. Оценка показателей качества многокомпонентных полимерных композиционных материалов с содержанием гидроксида алюминия и различных модификаций диоксида кремния / О.А. Орешина, Н.Ю. Ефремов // Наука и бизнес: пути развития. – 2019. – №9. – 122 с. – С. 50-55
3. Ефремов, Н.Ю. Комплексное исследование свойств, определяющих качество новых композиционных функциональных материалов на основе силикона / Н. Ю. Ефремов // Молодежь, техника, космос. Труды VI ОМНТК. – СПб, БГТУ, 2014 – 261 с. - с. 112–113.
4. Усов, Б.А. Механохимическая обработка как способ интенсификации физико-химических и технологических процессов / Л.С. Гуринович, Б.А. Усов // Системные технологии. – 2015. - № 16. – С. 48-58

5. ГОСТ Р 54553-2011 Резина и термопластичные эластомеры. Определение упруго-прочностных свойств при растяжении. – М.: Стандартинформ, 2015. – 20 с.
6. ГОСТ 263-75 Резина. Метод определения твердости по Шору А. – М.: Издательство стандартов, 1989. – 6 с.
7. Анализ данных с помощью Microsoft Excel: пер с англ. / Кеннет Берк, Патрик Кэйри. – М.: Издательство Вильямс, 2005. – 560 с.

APPLICATION OF REGRESSION ANALYSIS FOR RESEARCH OF INFLUENCE OF TECHNOLOGICAL PARAMETERS ON QUALITY INDICATORS OF COMPLETED POLYMERS

© 2020 N.Yu. Efremov

FGBOU VO «BSTU «VOENMEH» named after D.F. Ustinov», St. Petersburg

The article discusses the application of the multiple regression method to study the effect of four technological parameters (the temperature of calcination of the filler powder, the time of grinding in the mill during mechanical-chemical processing, the time of mixing and holding of the components, the percentage of the additive introduced) on the values of the two main quality indicators (ultimate strength at tensile strength, Shore A hardness) of new NP compositions based on SKTN A silicone rubber with powdered aluminum hydroxide and grade B quartz. The technological cycle of NP production includes the mechanochemical treatment of the filler using a hydrophobizing substance (silane). A regression model for two characteristics of NP was built in MS Excel on the basis of 25 different combinations of values of four influencing technological factors. Adequate linear models have been obtained that describe with high accuracy the dependence of the properties of the oil on technological factors. The level of ultimate tensile strength is significantly influenced by only two factors, while hardness is influenced by all the factors considered.

Keywords: filled polymers (NP), powder fillers, quality indicators, regression analysis, mechanochemical processing.

DOI: 10.37313/1990-5378-2020-22-4-81-85